大厚度TiAlN涂层力学性能的研究*

赵升升[1] 梅海娟[2] 程律莎[1] 丁继成[2] 王启民[2]

1. 深圳职业技术学院 深圳 518055
2. 广东工业大学 广州 510006

摘 要 采用电弧离子镀技术在不锈钢基体上制备了大厚度TiAlN涂层, 并对大厚度涂层的力学性能进行了系统的研究。结果表明: 梯度增加和循环增加N_2流量制备大厚度涂层的厚度分别达到68.79 μm和64.48 μm, 且涂层力学性能良好; 大厚度涂层残余应力沿层深的分布, 总体趋势从膜基界面向表面逐渐增大, 全膜厚平均压应力低于1 GPa, 表面硬度近2000 HV, 循环大厚度涂层的膜基结合好于梯度大厚度涂层, 而梯度大厚度涂层展现出更低的摩擦系数与磨损率。

关键词 材料表面与界面, TiAlN, 电弧离子镀, N_2流量, 大厚度, 力学性能

分类号 TG174.4 文章编号 1005-3093(2016)08-0614-07

Study on Mechanical Property of TiAlN Coatings of Large Thickness

ZHAO Shengsheng[1**] MEI Haijuan[2] CHENG Lvsha[1] DING Jicheng[2] WANG Qimin[2]

1. Shenzhen Polytechnic, Shenzhen 518055, China

2. Guangdong University of Technology, Guangzhou 510006, China

* Supported by National Natural Science Foundation of China No.51401128, Shenzhen Science and Technology Project No. JCYJ20140508155916426.

Manuscript received January 20, 2016; in revised from May 2, 2016.

**To whom correspondence should be addressed, Tel: (0755)26731214, E-mail: sszhao@szpt.edu.cn

ABSTRACT The mechanical property of TiAlN coatings of large thickness deposited on stainless steel substrate by arc ion plating (AIP) was systematically investigated. The results indicated that the thickness of the coatings deposited by AIP with the increasing flow of N_2 by way of cycle or stepwise could reach 68.79 μm and 64.48 μm respectively, and those coatings show fairly well mechanical performance. The depth profile of residual stress of the coatings presented a general trend that the stress increased gradually from the coating/substrate interface to the top surface. The average compressive stress of the coatings is lower than 1 GPa, and its surface hardness almost reaches 2000 HV. The former coating has lower friction coefficient and wear rate, whereas the later one shows better coating/substrate adhesion.

KEY WORDS surface and interface in the materials, TiAlN, arc ion plating, nitrogen flow, large thickness, mechanical properties

TiN涂层具有较高的硬度和较低的摩擦系数以及良好的化学稳定性等优良性能, 在工业中有着广泛的使用[1-4]。Ti A1N等三元涂层是在TiN的基础上发展起来, 不仅保持了TiN涂层的高硬度和低摩擦系数等优点, 还表现出更好的高温抗氧化性[5-8]和高温耐磨性能[9-11]。

* 国家自然科学基金51401128和深圳市科技计划JCYJ20140508155916426资助项目。

2016年1月20日收到初稿; 2016年5月2日收到修改稿。

本文联系人: 赵升升

DOI: 10.11901/1005.3093.2016.050

物理气相沉积(PVD)是当前制备TiAlN等硬质薄膜的主要技术, 这种技术得到的硬质膜的残余应力一般是压应力, 而且数值往往很大, 甚至高达-17 GPa[12, 13]。过大的残余压应力可使薄膜从基片上脱落, 或使其翘曲、鼓包。现已提出多种方法来抑制过高的残余压应力, 其中包括改进沉积工艺[14]、制备多层膜[15, 16]、采用成分梯度[17-19]、引入过渡层[20-22]、以及沉积后进行退火处理[23]等。尽管这些方法有效改善了涂层残余应力, 提高了膜基结合力, 但当涂层厚度增大时, 即使涂层平均应力没有增大, 膜基界面剪切力(涂层截面积×涂层平均应力)也会显著上升, 使得大厚度硬

质涂层难以制备。这使得广泛应用的普通硬质涂层厚度, 一直在3~5 μm左右。在保持硬质涂层的力学性能(硬度和膜基结合力)的前提下, 增加其厚度, 必然大幅度提高其使用寿命。

在前期工作中, 我们通过调节工艺成功制备了厚度达130 μm的TiAlN硬质涂层[17], 但并未对其力学性能进行深入分析研究。本工作采用电弧离子镀技术, 进一步优化工艺, 镀膜过程中分别通过循环和梯度改变氮流量, 在不锈钢基体上分别制备了两种大厚度TiAlN涂层, 并对其截面形貌、成分分布、硬度、膜基结合力、残余应力及摩擦磨损等进行了系统的分析研究。

1 实验方法

1.1 涂层制备

选用316L不锈钢作为基底材料, 其弹性模量E和泊松比υ分别为195 GPa和0.3, 基体表面为12K抛光镜面, 基片尺寸为50×10×0.8 mm(用于应力测试, 实际厚度采用螺旋测微器测定)和30×30×0.8 mm两种规格。基片依次用金属洗涤剂、去离子水超声清洗5 min, 烘干后装入真空室内。采用泰克诺TSU-400型多功能离子镀膜机制备TiAlN涂层, 选用原子比为1:1的TiAl靶, 基片正对靶材悬挂, 靶基距为200 mm。沉积前预热至200℃, 本底真空为5.0×10^{-3} Pa; 再通入流量为50 sccm的Ar气, 升压至0.5 Pa, 加-900 V和占空比30%的脉冲偏压对基体表面进行溅射清洗, 轰击时间1 min; 涂层沉积过程中, 脉冲偏压-100 V, 占空比30%, 弧电流55~60 A, 沉积温度为350℃, 沉积时间为400 min, 固定Ar气流量50 sccm不变, 采取梯度增加N_2流量和循环增加N_2流量的方法, 使总压在0.5~1.2 Pa之间变动, 分别制备出两种工艺的大厚度TiAlN涂层, 其具体流量调节参数见图1。

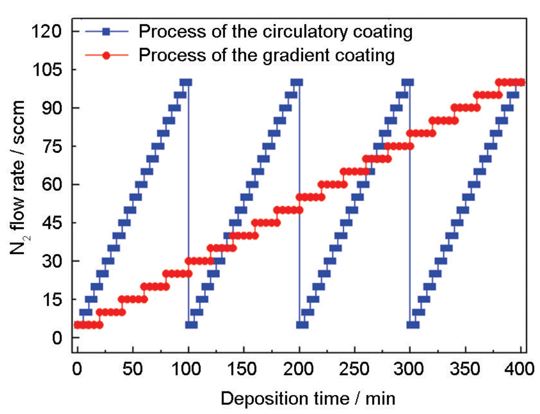


图1 大厚度涂层沉积时通入的N_2流量随时间的变化

Fig.1 The flow of N_2 as a function of deposition time of the coatings with large thickness

1.2 涂层表征

利用ZEISS生产的SUPRA55型扫描电镜(SEM)观察涂层的截面形貌及测量涂层的厚度; 并利用扫描电子显微镜附带的能量色散X射线光谱仪(EDX)分析涂层成分沿层深的分布。

采用Supro Instruments生产的薄膜应力仪, 测试薄膜全膜厚平均应力; 采用剥层曲率半径法[24]测量大厚度涂层的残余应力及其沿层深分布, 通过均匀化学腐蚀, 逐层剥离涂层, 测量试片曲率的变化及剥离层厚度, 计算出应力沿层深分布。

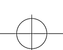
硬度测试采用MH-6型显微硬度计, 实验载荷25 g, 加载时间保持10 s; 涂层的膜基结合力分别采用定量和定性两种方式测定, 采用HT-3002复杂型划痕仪进行定量测试, 试验载荷0~100 N, 滑行距离3 mm, 采用VDI3198洛氏压痕评级法[25]进行定性测试, 使用带有120°金刚石圆锥压头的洛氏硬度计, 选用150Kgf载荷, 在试片表面加载12 s, 并利用SEM观察压痕边缘涂层破裂的情况; 摩擦磨损试验选用UMT-3摩擦试验机, 采用直径为4 mm的SiN摩擦球, 在载荷10 N, 旋转摩擦半径9 mm和转速800 r/min的测试条件下, 经过120 min的摩擦磨损试验, 得到涂层的摩擦系数, 并利用布鲁克的Dektak XT型号的轮廓仪, 测定磨痕截面形貌计算其磨损率。

2 结果与讨论

2.1 涂层的截面形貌和成分分布

图2所示为梯度增加和循环增加N_2流量时大厚度涂层的截面形貌。从图中可以看出, 大厚度涂层的截面比较平整光滑, 且基体与涂层在界面处结合良好, 厚度分别达到68.79 μm和64.48 μm。图2a的SEM结果表明, 梯度大厚度涂层中, 靠近膜基界面处存在较多大颗粒, 在N_2流量较低的工艺下, 涂层致密性明显偏低, 我们认为大颗粒和部分空洞的存在有效地缓解了应力的累积, 熔滴尺寸大致在0.95 μm~10.33 μm范围内; 图2b中的SEM结果表明, 循环大厚度涂层展现出类似多层膜的结构, N_2流量每个循环周期涂层的厚度大致相同, 沿涂层厚度方向大颗粒分布相对均匀。

涂层成分沿厚度方向的分布如图3所示, Ti元素的含量沿涂层深度方向有微弱改变, 而Al元素和N元素的分布因工艺的调节发生了明显的变化。在梯度大厚度涂层中N元素的含量从膜基界面向表面逐渐增加, 相应的Al元素的含量逐渐减少, 这是由于界面处TiAl含量高, 随着N_2流量增大, TiAlN越来



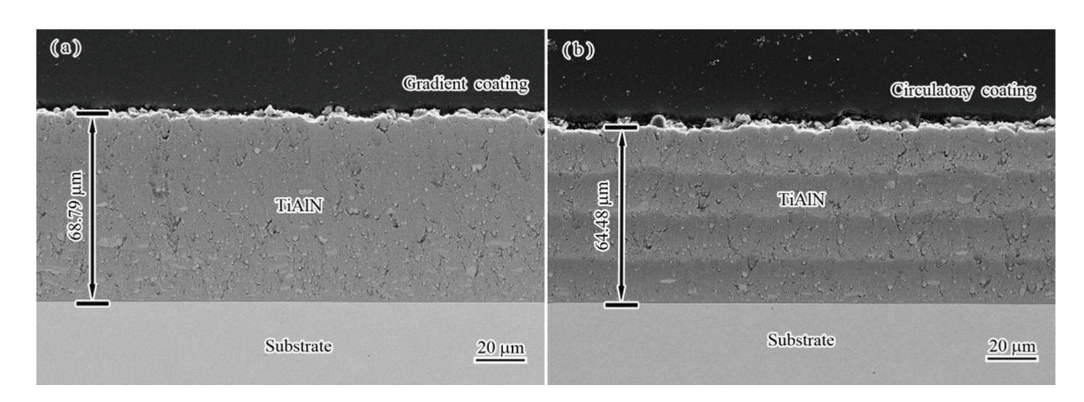


图2 梯度增加(a)和循环增加(b) N_2流量时大厚度涂层的截面形貌

Fig.2 SEM cross-section images of the coatings with large thickness deposited under gradient increasing (a) and circulatory increasing (b) the flow of N_2

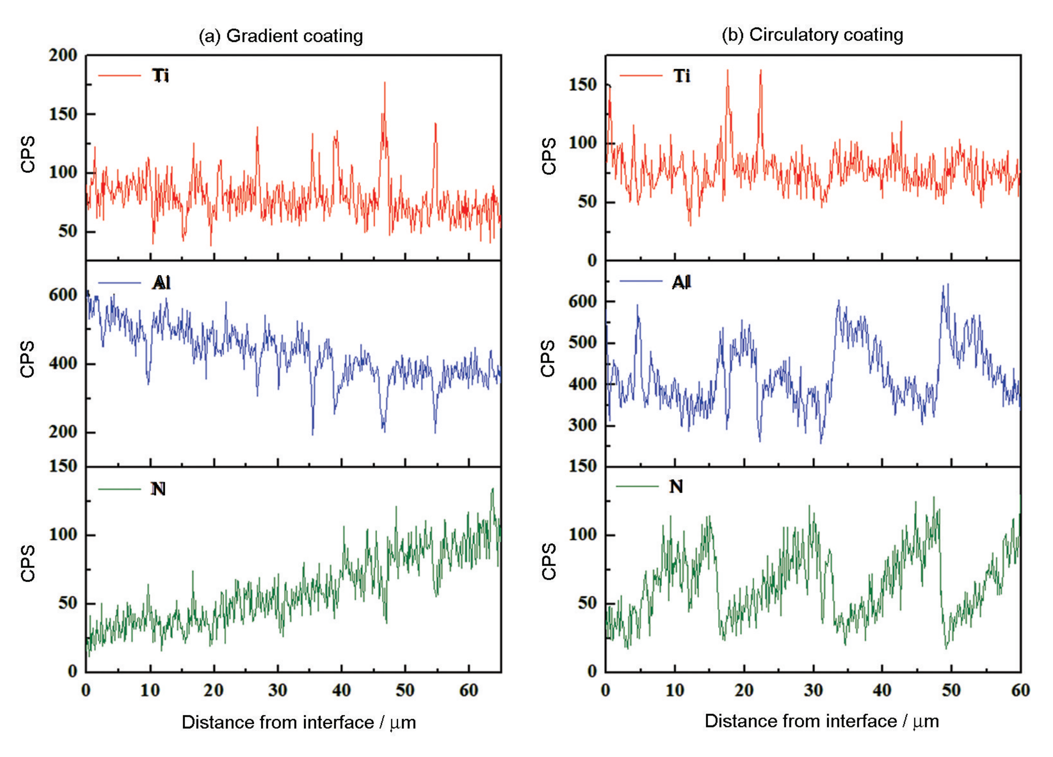


图3 梯度增加(a)和循环增加(b) N_2流量时大厚度涂层成分的沿层深分布

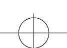
Fig.3 Composition distributions along the depth of the coatings with large thickness deposited under gradient increasing (a) and circulatory increasing (b) the flow of N_2

越多, Al元素被N元素部分替代。在循环大厚度涂层中, 也呈现出同样的规律性。此外, 工作气氛总压的变化, 必然导致Ti、Al元素在到达涂层表面的过程中受到碰撞的变化, N_2流量增加时, 总压升高, 涂层中金属元素的含量也随之下降。

2.2 涂层的残余应力及其沿层深分布

大厚度涂层残余应力沿层深分布趋势如图4所示。梯度增加和循环增加N_2流量所制备的两种大厚度涂层, 在涂层生长过程中, 随着N元素含量的变化, 其残余应力沿层深方向逐渐累积而增大, 与前期研究中报道的硬质涂层应力沿层深分布趋势不相同[26], 由于涂层厚度较大, 以柱状晶为主要生长模式的涂层应力很难释放。随着膜层厚度的增加, 总体趋势展现出沿层深方向的应力逐渐增大, 梯度增加N含量和循环增加N含量, 虽然没有改变应力沿层深逐渐累积增大的趋势, 但是有效减缓了应力沿层深累积增大的速度。

在两种N_2流量调节的工艺下, 两种涂层的残余应力始终处于较低水平, 其全膜厚平均应力分别为梯度大厚度-0.74 GPa, 循环大厚度-0.92 GPa, 折算为膜基界面剪切力[27], 梯度大厚度509 N, 循环大厚度593 N, 此水平与厚度为5 μm、残余应力-10 GPa的薄膜样品相当, 可见, 保持较低的残余应力是制备大厚度涂层的重要基础。



2.3 涂层的硬度和结合力

大厚度涂层的截面硬度如图5所示。由涂层/基体界面到涂层表面的方向, 图5a中涂层的截面硬度逐渐增大, 越靠近涂层表面, 其硬度值越大, 这与N元素含量增多, 氮化物增多趋势相一致。从图5b中可以明显看出明暗相间的多层结构, 硬度值的分布

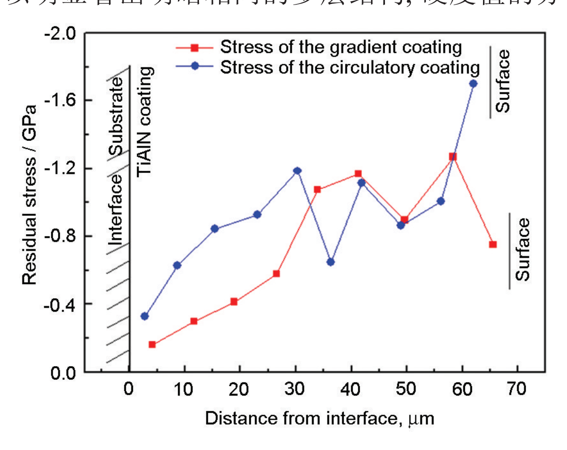


图4 梯度增加和循环增加N_2流量时大厚度涂层残余应力的沿层深分布

Fig.4 Residual stress distributions along the depth of the coatings with large thickness deposited under gradient increasing and circulatory increasing the flow of N_2

与N元素含量的循环相一致。测试两种大厚度涂层的表面硬度分别为 (1825.9±62) HV 和 (1979.5±88) HV, 可以发现, 涂层表面硬度高于截面硬度, 这是因为涂层为柱状晶生长结构[26], 截面硬度测试从柱状晶的侧面压入, 而表面硬度测试从柱状晶的顶部压入。截面硬度可代表其硬度变化趋势, 表面硬度才是其真实硬度。

图6展示了大厚度涂层试样的洛氏压痕形貌。从图中可以看出, TiAlN大厚度涂层的压痕边缘出现了沿周向分布的环绕状裂纹, 环绕状裂纹的产生是由于涂层与基体弹塑性变形能力不同所致。已有研究指出[28, 29], 表面径向裂纹形成于加载半周期, 随着载荷加大而扩展, 而亚表面侧向裂纹起因于卸载过程中压痕塑性区与周围弹性区的弹性不匹配, 在残余应力作用下呈弧状向表面扩展, 形成周向环绕状裂纹。在图6中未见明显涂层脱落或径向裂纹, 说明大厚度涂层的断裂韧性比较好, 膜基结合力较好。

图7为大厚度涂层的膜基结合力划痕法测试结果。在梯度大厚度涂层测试中(见图7a), 当载荷达到55~65 N时, 声发射信号开始发生强烈的波动, 涂

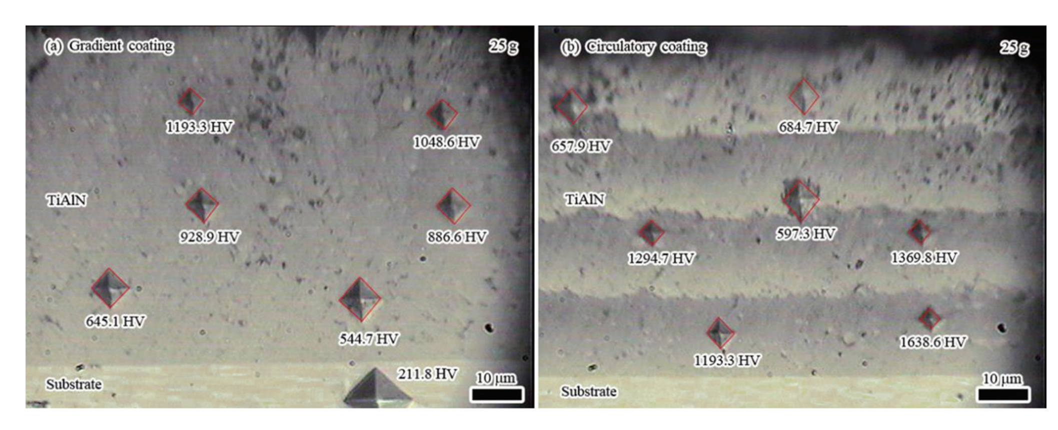


图5 梯度增加(a)和循环增加(b) N_2流量时大厚度涂层截面硬度的沿层深分布

Fig.5 Cross-section microhardnessdistributions along the depthof the coatings with large thickness deposited under gradient increasing (a) and circulatory increasing (b) the flow of N_2

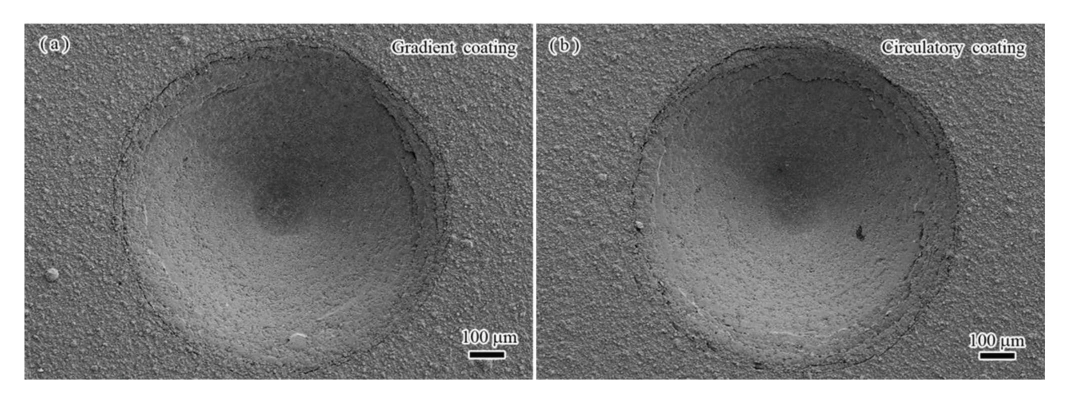
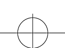


图6 梯度增加(a)和循环增加(b)N_2流量时大厚度涂层的洛氏压痕形貌

Fig.6 Rockwell indentation morphology of the coatings with large thickness deposited under gradient increasing (a) and circulatory increasing (b) the flow of N_2



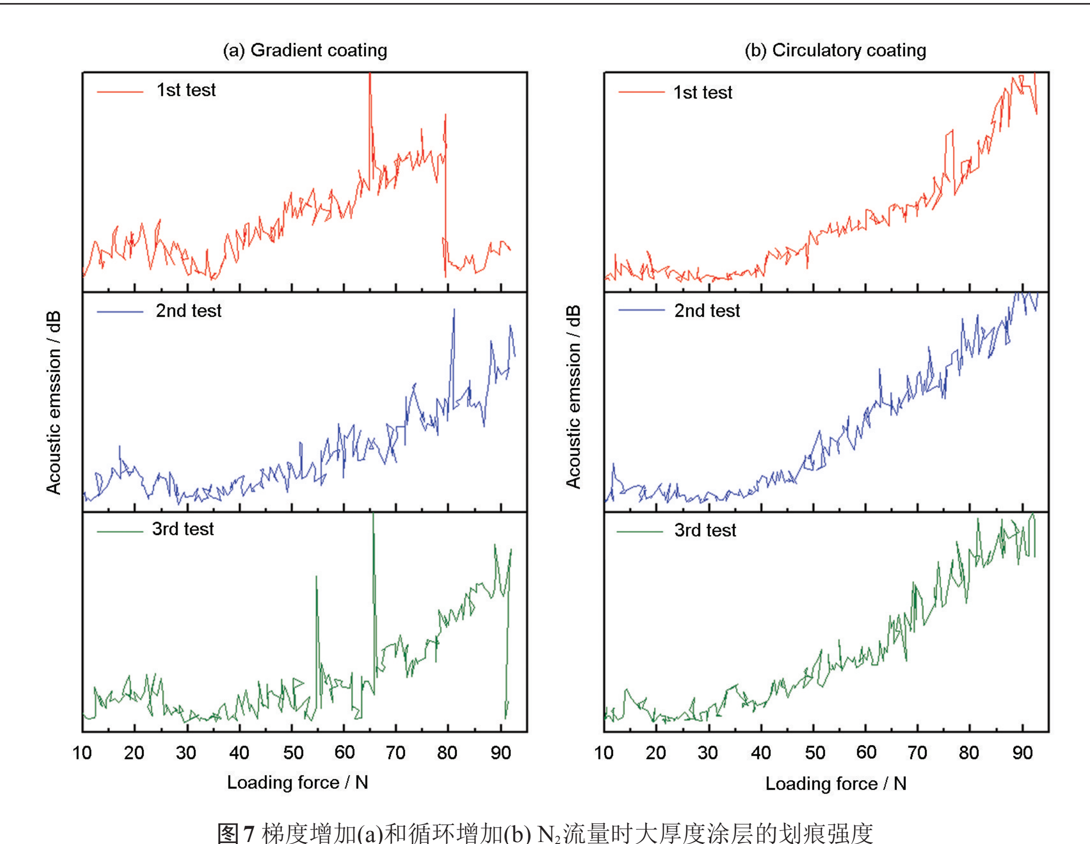


图7 梯度增加(a)和循环增加(b) N_2流量时大厚度涂层的划痕强度

Fig.7 Scratching test of the coatings with large thickness deposited under gradient increasing (a) and circulatory increasing (b) the flow of N_2

层发生破裂; 在循环大厚度涂层测试中(图7b), 随着载荷逐渐增加, 声发射信号逐渐增大, 未见强烈突变, 说明循环大厚度涂层具有更好的膜基结合力。测试结果表明, 本工作中两种工艺制备的TiAlN大厚度硬质涂层的膜基结合力良好。

2.4 涂层的摩擦磨损

大厚度涂层的摩擦系数随时间的变化曲线如图8所示。从图中可以看到, 在最初的磨合阶段, 涂层的摩擦系数迅速增加, 主要是因为在初始的摩擦磨损过程中, 接触条件从两物体间磨料磨损逐渐转变为界面滑移[30]。经过1000 s的磨合期后, 梯度涂层逐渐达到平稳状态, 摩擦系数稳定在0.7~0.8之间, 而循环涂层的摩擦系数变化波动较大, 且表现出一定的周期性, 这是由于摩擦磨损过程中膜层被磨损, 与循环涂层成分的周期性分布有关。当摩擦磨损5000 s左右, 梯度大厚度涂层的摩擦系数降低至0.65左右, 这是由于随着磨损时间增加, 较硬的近表面层逐渐损耗, 同时伴有部分的氧化磨损, 导致摩擦副之间的界面变得平滑, 使摩擦系数得到降低。对比两种工艺涂层的摩擦系数曲线可以发现, 梯度大厚度涂层的摩擦系数低于循环大厚度涂层。

大厚度涂层经过120 min摩擦实验后的磨痕形貌及成分分析如图9所示。经SEM观察可以发现, 大厚度涂层的磨痕表面比较光滑平整, 且磨痕表面

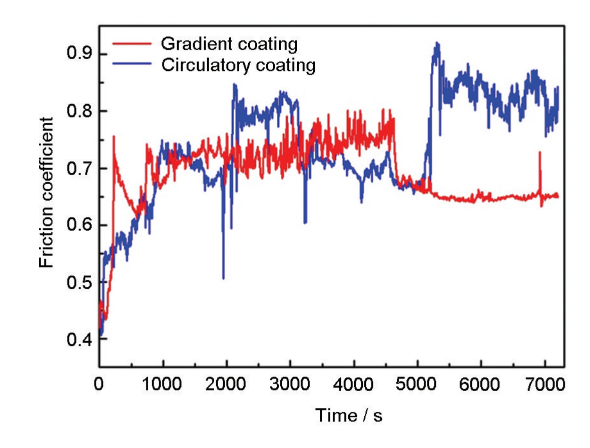
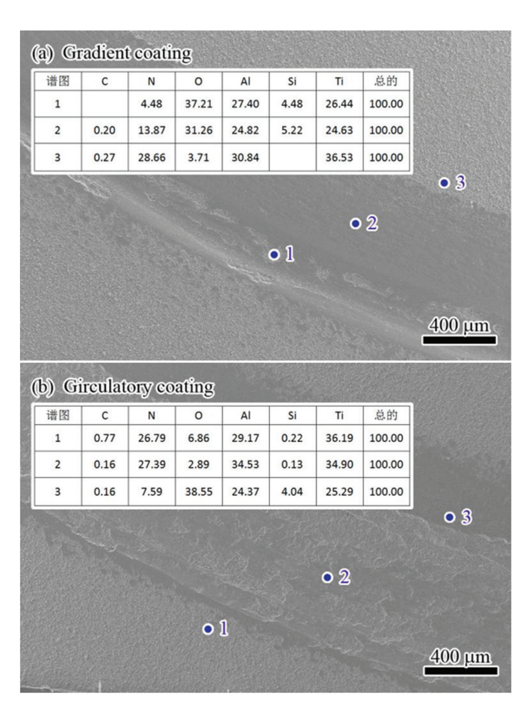


图8 梯度增加和循环增加N_2流量时大厚度涂层的摩擦系数

Fig.8 Friction coefficientof the coatings with large thickness deposited under gradient increasing and circulatory increasing the flow of N_2

的粘附物和磨屑也较少, 说明TiAlN大厚度涂层具有良好的摩擦学性能, 且梯度增加N_2流量时大厚度涂层具有更好的耐磨性。对大厚度涂层磨痕中的1、2、3点处分别进行EDX分析后发现, 在磨痕中心处的细小颗粒主要成分为TiAlN, 这些硬质颗粒导致了犁沟状磨痕的产生, 属于典型的磨粒磨损行为。而在磨痕边缘处出现了大量O元素和Si元素成分, 这是由于在摩擦磨损的过程中, 脱落的粘附物被挤压到磨痕边缘, 对磨副SiN磨球部分磨损残留了



(a) Gradient coating

谱图	C	N	O	Al	Si	Ti	总的
1		4.48	37.21	27.40	4.48	26.44	100.00
2	0.20	13.87	31.26	24.82	5.22	24.63	100.00
3	0.27	28.66	3.71	30.84		36.53	100.00

(b) Girculatory coating

谱图	C	N	O	Al	Si	Ti	总的
1	0.77	26.79	6.86	29.17	0.22	36.19	100.00
2	0.16	27.39	2.89	34.53	0.13	34.90	100.00
3	0.16	7.59	38.55	24.37	4.04	25.29	100.00

图9　大厚度涂层经过120 min摩擦实验后的表面形貌及成分分析

Fig.9 Surface morphologies and components analysis of the coatings with large thickness after 120 min friction Test

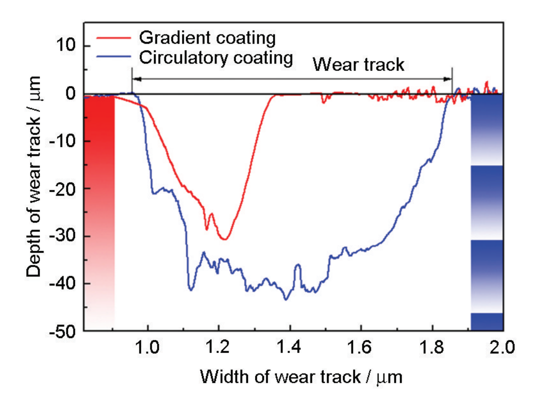


图10 大厚度涂层经过120 min摩擦实验后的磨痕轮廓

Fig.10 Wear track profiles of the coatings with large thickness after 120 min friction test

Si元素, 成分分析表明TiAlN大厚度涂层的磨损主要是磨粒磨损和氧化磨损共同作用。

经摩擦磨损实验后, 大厚度涂层的磨痕轮廓比较清晰, 见图10。可以看出, 涂层的最大磨痕深度小于涂层的厚度, 说明经过120 min后摩擦磨损距离约为5426 m, 而大厚度涂层仍未磨穿, 展现出很好的耐磨性。循环大厚度涂层的磨痕截面面积明显大于梯度大厚度涂层, 这是由于循环大厚度涂层在厚度方向硬度循环变化导致的。经计算, 梯度大厚度涂层和循环大厚度涂层的磨损率分别为 7.34×10^{-6} $mm^3/(N\cdot m)$ 和 3.03×10^{-5} $mm^3/(N\cdot m)$, 在摩擦磨损过程中, 循环大厚度涂层的摩擦系数较大, 导致剪切力偏高, 从而使磨损率增加[31], 近表面较厚的较硬层使梯度大厚度涂层保持了较低的磨损率, 展现了更好的耐磨性。

3 结　论

1. N_2流量对大厚度涂层成分的调节效果明显, Ti元素的含量沿层深分布变化不大, 而Al和N元素的含量随N_2流量变化显著;

2. 大厚度涂层残余应力沿层深的分布, 总体趋势从膜基界面向表面逐渐增大, 梯度大厚度和循环大厚度涂层的全膜厚平均应力分别为-0.74 GPa和-0.92 GPa, 变化N_2流量工艺有效降低了大厚度涂层的残余应力。

3. 大厚度涂层的截面硬度分布与N元素含量分布相一致, 梯度大厚度和循环大厚度涂层的表面硬度分别达到 (1825.9±62) HV和 (1979.5±88) HV; 结合力测试结果表明, 循环大厚度涂层具有更好的抗划痕能力和断裂韧性。

4. 大厚度涂层的磨痕表面比较光滑平整, 且磨痕表面的粘附物和磨屑也较少, 涂层具有良好的摩擦学性能, 且梯度涂层相比循环涂层具有更低的摩擦系数与磨损率, 表现出更好的耐磨性能。

参 考 文 献

1　H. Ollendorf, D. Schneider, Th. Schwarz, G. Kirchhoff, A. Mucha, A comparative study of the mechanical properties of TiN coatings using the non-destructive surface acoustic wave method, scratch test and four-point bending test, Surface and Coatings Technology, **84**(1-3), 458(1996)

2　W. D. Munz, Titanium aluminum nitride films: A new alternative to TiN coatings, Journal of Vacuum Science and Technology, **4**(6), 2717(1986)

3　W. L. Pan, G. P. Yu, J.H.Huang, Mechanical properties of ion-plated TiN films on AISI D2 steel, Surface and Coatings Technology, **110**(1-2), 111(1998)

4　J. Richter, Application of Vickers indentation for assessment of PVD TiN coated new nonledeburitic high-speed steels, Surface and Coatings Technology, **162**, 119(2003)

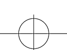
5　T. Ikeda, H. Satoh, Phase formation and characterization of hard coatings in the TiAlN system prepared by the cathodic arc ion plating method, Thin Solid Films, **195**(1-2), 99(1991)

6　H. Ichimura, A. Kawana, High-temperature oxidation of ion-plated TiN and TiAlN films, Journal of Materials Research, **8**(5), 1093 (1993)

7　J. W. Woo, J. K. Lee, S. R. Lee, D. B. Lee, High-temperature oxidation of $Ti_{0.3}Al_{0.2}N_{0.5}$thin films deposited on a steel substrate by ion plating, Oxidation of Metals, **53**, 529(2000)

8　S. Inoue, H. Uchida, Y. Yoshinga, K. Koterazawa, Oxidation behavior of (Ti1-xAlx)N films perpared by r.f. reactive sputtering, Thin Solid Films, **300**(1-2), 171(1997)

9　H. G. Prengel, A. T. Santhanam, R. M. Penich, P. C. Jindal, K. H.



Wendt, Advanced PVD-TiAlN coatings on carbide and cermet cutting tools, Surface and Coatings Technology, **94**, 597(1997)

10 A. N. Kale, K. Ravindranath, D. C. Kothari, P. M. Raole, Tribological properties of (Ti, Al)N coatings deposited at different bias voltages using the cathodic arc technique, Surface and Coatings Technology, **145**(1-3), 60(2001)

11 I. J. Smith, D. Gillibrand, J. S. Brooks, W. D. Münz, S. Harvey, R. Goodwin, Dry cutting performance of HSS twist drills coated with improved TiAlN, Surface and Coatings Technology, **90**, 164(1997)

12 M. Leoni, P. Scardi, S. Rossi, L. Fedrizzi, Y. Massiani, (Ti, Cr)N and Ti/TiN PVD coatings on 304 stainless steel substrates: Texture and residual stress, Thin Solid Films, **345**(2), 263(1999)

13 X. S. Wan, S. S. Zhao, Y. Yang, J. Gong, C. Sun, Effects of nitrogen pressure and pulse bias voltage on the properties of Cr-N coatings deposited by arc ion plating, Surface and Coatings Technology, **204**(11), 1800(2010)

14 Q. Kong, L. Ji, H. Li, X. Liu, Y. Wang, J. Chen, H. Zhou, Influence of substrate bias voltage on the microstructure and residual stress of CrNfilms deposited by medium frequency magnetron sputtering, Materials Science and EngineeringB, **176**(11), 850(2011)

15 R. Manaila, A. Devenyi, D. Biro, L. David, P. B. Barna, A. Kovacs, Multilayer TiAlN coatings with composition gradient, Surface and Coatings Technology, **151**, 21(2002)

16 E. Vogli, W. Tillmann, U. Selvadurai-Lassl, G. Fischer, J. Herper, Influence of Ti/TiAlN-multilayer designs on their residual stresses and mechanical properties, Applied Surface Science, **257**, 8550(2011)

17 ZHAO Shengsheng, CHENG Yu, CHANG Zhengkai, WANG Tiegang, SUN Chao, Modification of stress distribution along the thickness of (Ti, Al)N coatings and Preparation of the coatings with large thickness, ActaMetallurgicaSinica, **48**(3), 277(2012)
(赵升升, 程 毓, 常正凯, 王铁钢, 孙 超, (Ti, Al)N涂层应力沿层深分布的调整及大厚度涂层的制备, 金属学报, **48**(3), 277(2012))

18 WU Ping, ZHOU Changchi, TANG Xinan, Preparation of wear-resistant graded metal-ceramic coating by laser-alloying, ActaMetallurgicaSinica, **30**(11), 508(1994)
(吴 萍, 周昌炽, 唐西南, 激光合金化熔覆制备耐磨陶瓷梯度涂层, 金属学报, **30**(11), 508(1994))

19 S. PalDey, S. C. Deevi, Properties of single layer and gradient (Ti, Al)N coatings, Materials Science Engineering, **361**(1-2), 1(2003)

20 J. H. Huang, C. H. Ma, H. Chen, Effect of Ti interlayer on the residual stress and texture development of TiN thin films deposited by unbalanced magnetron sputtering, Surface and Coatings Technology, **201**(6), 3199(2006)

21 K. L. Lin, W. H. Chao, C. D. Wu, The performance and degradation behaviours of the TiAln/interlayer coatings on drills, Surface and Coatings Technology, **89**(3), 279(1997)

22 D. Y. Wang, C. L. Chang, K. W. Wong, Y. W. Li, W. Y. Ho, Improvement of the interfacial integrity of (Ti, Al)N hard coatings deposited on high speed steel cutting tools, Surface and Coatings Technology, **120**, 388(1999)

23 H. M. Tung, J. H. Huang, D. G.Tsai, C. F. Ai, G. P. Yu, Hardness and residual stress in nanocrystallineZrN films: Effect of bias voltage and heat treatment, Materials Science and Engineering, **500**(1-2), 104(2009)

24 S. S. Zhao, H. Du, W. G. Hua, J. Gong, J. B. Li, C. Sun, The depth distribution of residual stresses in (Ti, Al)N films: Measurement and analysis, Journal of Materials Research, **22**(10), 2659(2007)

25 W. Heinke, A. Leyland, A. Matthews, Evaluation of PVD nitride coatings, using impact, scratch and Rockwell-c adhesion test, Thin Solid Films, **270**, 431(1995)

26 S. S. Zhao, Y. Yang, J. B. Li, J. Gong, C. Sun, Effect of deposition processes on residual stress profiles along the thickness in (Ti, Al)N films, Surface and Coatings Technology, **202**(21), 5185(2008)

27 S. S. Zhao, S. H. Zhou, H. Y. Yu, T. C. Kuang, D. C. Zeng, Effects of TiN Films Thickness on Mechanical Properties of Stainless Steel, Chinese Journal of Vacuum Science and Technology, **36**(3), 291(2016)
(赵升升, 周晟昊, 余红雅, 匡同春, 曾德长, 厚度对TiN薄膜力学性能的影响, 真空科学与技术学报, **36**(3), 291(2016))

28 B. R. Lawn, M. V. Swain, Microfracture beneath point indentations in brittle solids, Journalof Materials Science, **10**(1), 113(1975)

29 C. B. Ponton, R. D. Rawlings, Vickers indentation fracture toughness test Part 2 Application and critical evaluation of standardised indentation toughness equations, Materials Scienceand Technology, **5**(10), 961(1989)

30 Y. S. Hong, S. H. Kwon, T. G. Wang, D. I. Kim, J. Choi, K. H. Kim, Effects of Cr interlayer on mechanical and tribological properties of Cr-Al-Si-N nanocomposite coating, Transaction of Nonferrous Metals Society of China, **21**, s62(2011)

31 SHAN Lei, CHEN Gang, CHEN Leping, CHEN Jian, On tribologicalproperties of PVD thick CrNcoating in seawater environment, Journal of Zhejiang Textile and Fashion College, **13**(3), 85(2014)
(单 磊, 陈 罡, 陈乐平, 陈 健, PVD大厚度CrN涂层海水环境摩擦学性能研究, 浙江纺织服装职业技术学院学报, **13**(3), 85(2014))

